

# 圖1 接骨木外觀圖

A. 接骨木

B. 表面放大圖(上:莖,下:枝) C. 切面放大圖(左:莖,右:枝)

京大戟 Euphorbiae Pekinensis Radix

苦木 smae Ramulus et Folium

1. 名稱

藥材正名:Sambuci Williamsii Ramulus

中文名:接骨木

漢語拼音: Jiegumu

## 2. 來源

本品為忍冬科\*植物接骨木 Sambucus williamsii Hance 的乾燥莖枝。全年均可採收,趁鮮切段,曬乾。

# 3. 性狀

本品呈圓柱形,有的切成半,直徑 7-83 mm。表面棕色至深棕色,具縱裂紋,皮孔橢圓形,突起;老莖裂紋較深,幼莖及枝較光滑。體輕,質極硬。切面皮部窄,棕色,易剝落,木部黃白色,髓淡棕色,光滑的切面年輪明顯。氣微,味微苦(圖 1)。

# 4. 鑒別

# 4.1 顯微鑒別(附錄 III)

#### 横切面

木栓層由數十列至數百列細胞組成,厚薄不一。皮層窄,細胞具稍增厚壁。韌皮部有韌皮纖維散在,單個或成群。木質部寬廣,由導管及纖維組成;木射線由1-4列細胞組成。髓由薄壁細胞組成,有的內含紅棕色塊。草酸鈣砂晶散於韌皮部及髓薄壁細胞中[圖2(i)及(ii)]。

註腳:接骨木莖和枝的橫切面顯微特徵無明顯差異。

<sup>\*</sup>於被子植物 APG IV 分類法(2016)中為五福科。

Valerianae Radix et Rhizoma Impatientis Caulis Catharanthi Rosei Herba 缬草 鳳仙透骨草 塔丹木

接骨木

# 粉末

淡棕色。草酸鈣砂晶散在或存於薄壁細胞中,方形或三角形;偏光顯 微鏡下呈亮白色或多彩狀。木纖維眾多,多成束,直徑 11-47 µm,壁 厚,具稀疏斜紋孔;偏光顯微鏡下呈亮白色或多彩狀。韌皮纖維單個 散在或成束,直徑 11-52 μm,淡黄色或黄色,壁多極度增厚,胞腔線 形,邊緣有時不平整;偏光顯微鏡下呈橙色或亮白色。木薄壁細胞方 形或長方形,具明顯的孔溝及紋孔,壁稍增厚。木栓細胞多破碎,棕 色或黄棕色,表面觀呈類多角形或類長方形。導管主要為具緣紋孔, 多破碎,直徑 13-133 μm。紅棕色塊形狀不規則(圖 3)。

鴨跖草 接骨木

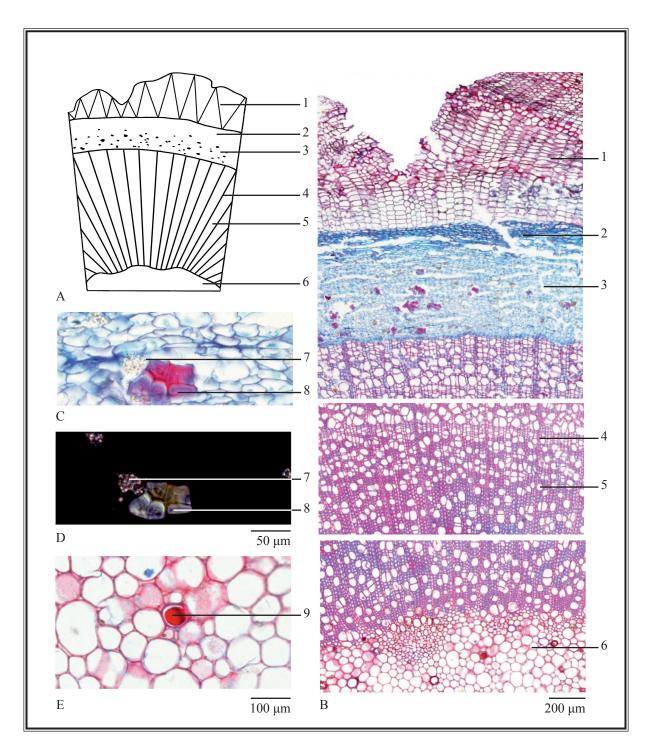


圖 2(i) 接骨木莖橫切面顯微特徵圖

- A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣砂晶及韌皮纖維(光學顯微鏡下)
- D. 草酸鈣砂晶及韌皮纖維(偏光顯微鏡下) E. 髓放大圖
- 1. 木栓層 2. 皮層 3. 韌皮部 4. 木射線 5. 木質部
- 6. 髓 7. 草酸鈣砂晶 8. 韌皮纖維 9. 紅棕色塊

巴豆(生) Valerianae Radix et Rhizoma Impatientis Caulis Catharanthi Rosei Herba Crotonis Fructus (unprocessed) 缬草 鳳仙透骨草 接骨术

接骨木

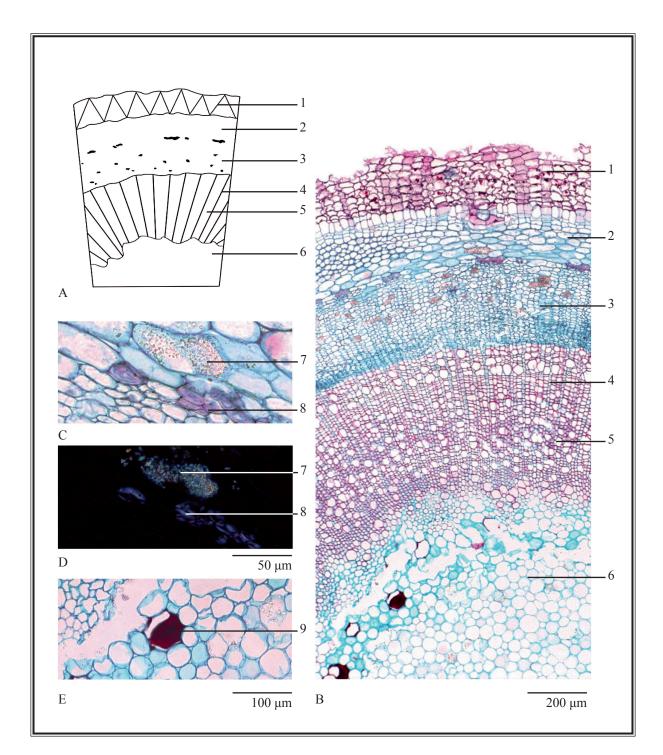


圖 2(ii) 接骨木枝橫切面顯微特徵圖

- A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 草酸鈣砂晶及韌皮纖維(光學顯微鏡下)
- D. 草酸鈣砂晶及韌皮纖維(偏光顯微鏡下) E. 髓放大圖
- 1. 木栓層 2. 皮層 3. 韌皮部 4. 木射線 5. 木質部
- 6. 髓 7. 草酸鈣砂晶 8. 韌皮纖維 9. 紅棕色塊

鴨跖草接骨木



## 圖 3 接骨木粉末顯微特徵圖

- 1. 草酸鈣砂晶 2. 木纖維 3. 韌皮纖維 4. 木薄壁細胞
- 5. 木栓細胞 6. 具緣紋孔導管 7. 紅棕色塊
- a. 光學顯微鏡下特徵 b. 偏光顯微鏡下特徵

# 4.2 薄層色譜鑒別 [ 附錄 IV(A) ]

#### 對照品溶液

落葉松樹脂醇對照品溶液 取落葉松樹脂醇對照品(圖 4) 0.6 mg,溶解於 10 mL 70% 乙醇中。

#### 展開劑

製備二氯甲烷 — 乙酸乙酯 — 甲酸(24:7:1, v/v)的混合溶液。

## 顯色劑

取硫酸 10 mL,緩緩加至 90 mL 乙醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 1.0 g, 置 100-mL 圓底燒瓶中, 加 70% 乙醇 30 mL, 加熱 回流 30 分鐘,冷卻至室溫。濾過,取濾液轉移於 100-mL 圓底燒瓶中, 用旋轉蒸發器減壓蒸乾,殘渣溶於 5 mL 水,轉移於 15-mL 離心管中, 離心 10 分鐘(約 2800 × g)。取 3 mL 上清液載入預先加乙醇 30 mL 和 水 30 mL 預處理的八烷基鍵合硅膠固相萃取柱(12 mL, 2 g),加 10 mL 水,棄去洗脱液,加10 mL30%乙醇,收集洗脱液,轉移於50-mL圓底 燒瓶中。用旋轉蒸發器減壓蒸乾,殘渣溶於 1 mL 30% 乙醇,用 0.22-μm 微孔濾膜(PTFE)濾過,即得。

#### 操作程序

照薄層色譜法 [ 附錄 IV (A) ] 進行。分別吸取落葉松樹脂醇對照品溶液 15 μL 和供試品溶液 25 μL,點於同一高效硅膠 F<sub>254</sub>薄層板上。用上述新 製備的展開劑展開約 8.5 cm,取出,標記溶劑前沿,晾乾。均匀噴上顯 色劑,在約 105°C 加熱,直至斑點或條帶清晰可見(約 3-5 分鐘)。置可 見光下檢視,並計算 $R_{\rm f}$ 值。

mmelinae Herba 鴨跖草 接骨木 京大戟 Euphorbiae Pekinensis Radix

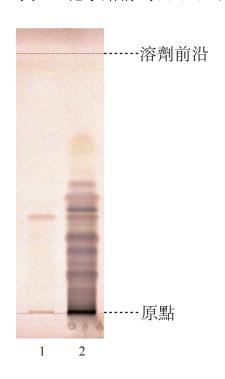
舌术 licrasmae Ramulus et Folium

貓爪草

(i) OH

(ii)

# **圖 4** 化學結構式(i)(E)-阿魏酸(ii)落葉松樹脂醇



# 圖 5 接骨木提取液對照高效薄層色譜圖(顯色後在可見光下檢視)

1. 落葉松樹脂醇對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與落葉松樹脂醇色澤相同、 $R_{\rm f}$ 值相應的特徵斑點或條帶(圖 5)。

Polygonati Rhizoma 黄精

# 4.3 超高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

#### 對照品溶液

(E) - 阿魏酸對照品溶液 Std-FP (50 mg/L)

取落葉松樹脂醇對照品 1.5 mg,溶解於 100 mL 70% 乙醇中。

#### 供試品溶液

取本品粉末 1.0~g,置 100-mL 圓底燒瓶中,加 70% 乙醇 30~mL,加熱回流 30~分鐘,冷卻至室溫,取提取液轉移於 50-mL 離心管中,離心 10~分鐘(約 2800~×~g)。濾過,取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中,重複提取 2~次,合併濾液。用旋轉蒸發器減壓蒸乾,殘渣溶於 70% 乙醇,轉移於 5-mL 量瓶中,加 70% 乙醇至刻度,用 0.22- $\mu$ m 微孔濾膜(PTFE)濾過,即得。

## 色譜系統

液相色譜:二極管陣列檢測器,檢測波長 280 nm;2.1 × 100 mm 八 烷基鍵合硅膠(1.7  $\mu$ m) 填充柱;柱溫 40°C;流速約 0.35 mL/min。色譜洗脱程序如下(表 1):

## 表1 色譜洗脱條件

時間 (分鐘)	0.1% 甲酸 (%, v/v)	乙腈:異丙醇:甲酸 (9:1:0.01, v/v) (%, v/v)	洗脱
0 - 2	88	12	等度
2 - 4	$88 \rightarrow 85$	$12 \rightarrow 15$	綫性梯度
4 - 8	$85 \rightarrow 78$	$15 \rightarrow 22$	綫性梯度
8 - 15	$78 \rightarrow 75$	$22 \rightarrow 25$	綫性梯度
15 - 20	$75 \rightarrow 65$	$25 \rightarrow 35$	綫性梯度

黑種草子 Nigellae Semen arobiii Caulis 劉寄奴 石斛 Artemisiae Anomalae H

> 满山紅 Rhododendri Daurici Folium

鴨跖草 接骨木

苦木 Picrasmae Ramulus et Folium

## 系統適用性要求

吸取 (E) - 阿魏酸對照品溶液 Std-FP 和落葉松樹脂醇對照品溶液 Std-FP 各 2  $\mu$ L,注入超高效液相色譜儀,至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下:(E) - 阿魏酸和落葉松樹脂醇的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%;(E) - 阿魏酸峰和落葉松樹脂醇峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%;理論塔板數按(E) - 阿魏酸峰和落葉松樹脂醇峰計算分別應不低於 3000 和 40000。

供試品測試中1號峰和2號峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於1.5(圖6)。

#### 操作程序

分別吸取(E)-阿魏酸、落葉松樹脂醇對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 2  $\mu$ L,注入超高效液相色譜儀,並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中(E)-阿魏酸峰和落葉松樹脂醇峰的保留時間,及供試品溶液色譜圖中 5 個特徵峰(圖 6)的保留時間。在相同液相色譜條件下,與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖中二成份峰的保留時間比較,鑒定供試品溶液色譜圖中(E)-阿魏酸峰和落葉松樹脂醇峰。二色譜圖中(E)-阿魏酸峰和落葉松樹脂醇峰。二色譜圖中(E)-阿魏酸峰和落葉松樹脂醇峰的保留時間相差均應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

接骨木提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 接骨木提取液 5 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍
1 [(E)-阿魏酸]	0.48	± 0.06
2 (指標成份峰,落葉松樹脂醇)	1.00	-
3	1.05	± 0.03
4	1.07	± 0.03
5	1.09	± 0.03

Polygonati Rhizom 黃精

巴豆(生) Crotonis Fructus (unprocessed) anae Radix et Rhizoma ) 纈草

Impatientis Caulis 鳳仙透骨草 Catharanthi Rosei Herb 長春花 **接骨木** 

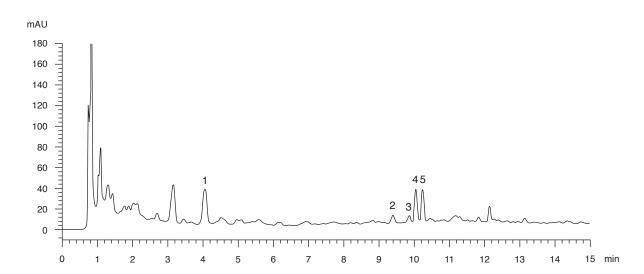


圖 6 接骨木提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的 5 個特 徵峰(圖 6)。

# 5. 檢查

- 5.1 重金屬(附錄V):應符合有關規定。
- **5.2 農藥殘留**(附錄 VI):應符合有關規定。
- 5.3 霉菌毒素 黃曲霉毒素 (附錄 VII):應符合有關規定。
- **5.4** 二氧化硫殘留(附錄 XVI):應符合有關規定。
- **5.5 雜質**(附錄 VIII): 不多於 1.0%。
- 5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分:不多於 3.5%。

酸不溶性灰分:不多於 0.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法:不多於9.0%。

Ardisiae Japonicae Herba 矮地茶

溪黄草 Isodonis Herba Sedi Herba 垂盆草 eae Bulbiferae Rhizo 黄藥子

ェキュー 石 f ae Semen Ranunculi Terna 到奇奴 Artemisiae Anomalae Herba

满山紅 Rhododendri Daurici Foliun

鴨跖草 接骨木

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法):不少於 2.0%。 醇溶性浸出物(冷浸法):不少於 3.0%。

# 7. 含量測定

照附錄 IV(B) 進行。

#### 對照品溶液

(E)-阿魏酸和落葉松樹脂醇混合對照品儲備液 Std-Stock [(E)-阿魏酸 800 mg/L 和落葉松樹脂醇 240 mg/L]

精密稱取(E) - 阿魏酸對照品 4.0 mg 和落葉松樹脂醇對照品 1.2 mg,溶解於 5 mL 70% 乙醇中。

(E) - 阿魏酸和落葉松樹脂醇混合對照品溶液 Std-AS

精密吸取(E)-阿魏酸和落葉松樹脂醇混合對照品儲備液適量,以 70% 乙醇稀釋製成含(E)-阿魏酸分別為  $4 \times 6 \times 25 \times 50 \times 100$  mg/L 和含落葉松樹脂醇分別為  $3 \times 7.5 \times 15 \times 30 \times 60$  mg/L 系列的混合對照品溶液。

#### 供試品溶液

精密稱取本品粉末 1.0 g,置 100-mL 圓底燒瓶中,加 70% 乙醇 30 mL,加 熱回流 30 分鐘,冷卻至室溫,取提取液轉移於 50-mL 離心管中,離心 10 分鐘(約  $2800\times g$ )。濾過,取濾液轉移於 250-mL 圓底燒瓶中,重複 提取 2 次,合併濾液。用旋轉蒸發器減壓蒸乾,殘渣溶於 70% 乙醇,轉移於 5-mL 量瓶中,加 70% 乙醇至刻度,用 0.22- $\mu$ m 微孔濾膜 (PTFE)濾過,即得。

### 色譜系統

液相色譜:二極管陣列檢測器,檢測波長 280 nm;2.1 × 100 mm 八烷基 鍵合硅膠  $(1.7~\mu m)$  填充柱;柱溫  $40^{\circ}C$ ;流速約 0.35~mL/min。色譜洗脱程 序如下 (表~3):

Polygonati Rhizom 黄精 巴豆(生) Valerianae Radix et Rhizor Fructus (unprocessed) 纈草 mpatientis Caulis 鳳仙透骨草

長春花 接骨木

## 表 3 色譜洗脱條件

時間 (分鐘)	0.1% 甲酸 (%, v/v)	乙腈:異丙醇:甲酸 (9:1:0.01, v/v) (%, v/v)	洗脱
0 - 2	88	12	等度
2 - 4	$88 \rightarrow 85$	$12 \rightarrow 15$	綫性梯度
4 - 8	$85 \rightarrow 78$	$15 \rightarrow 22$	綫性梯度
8 - 15	$78 \rightarrow 75$	$22 \rightarrow 25$	綫性梯度
15 - 20	$75 \rightarrow 65$	$25 \rightarrow 35$	綫性梯度

#### 系統適用性要求

將(E)-阿魏酸和落葉松樹脂醇混合對照品溶液 Std-AS [(E)-阿魏酸 25 mg/L 和落葉松樹脂醇 15 mg/L] 2  $\mu$ L,注入超高效液相色譜儀,至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下:(E)-阿魏酸和落葉松樹脂醇的峰面積相對標準偏差均應不大於 5.0%;(E)-阿魏酸峰和落葉松樹脂醇峰的保留時間相對標準偏差均應不大於 2.0%;理論塔板數按(E)-阿魏酸峰和落葉松樹脂醇峰計算分別應不低於 3000 和 40000。

供試品測試中(E)-阿魏酸峰和落葉松樹脂醇峰分別與其鄰近峰之間的分離度均應不低於 1.5 (圖 7)。

#### 標準曲綫

將(E) - 阿魏酸和落葉松樹脂醇系列混合對照品溶液 Std-AS 各 2 μL, 注入超高效液相色譜儀,並記錄色譜圖。分別以(E) - 阿魏酸和落葉松樹脂醇的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

#### 操作程序

將供試品溶液  $2 \mu L$ ,注入超高效液相色譜儀,並記錄色譜圖。與(E)-阿魏酸和落葉松樹脂醇混合對照品溶液 Std-AS 色譜圖中二成份峰的保留時間比較,鑒定供試品溶液色譜圖中(E)-阿魏酸峰和落葉松樹脂醇峰(圖 7)。二色譜圖中(E)-阿魏酸和落葉松樹脂醇相應峰的保留時間相差均應不大於5.0%。測定峰面積,按附錄 IV(B)公式分別計算供試品溶液中(E)-阿魏酸和落葉松樹脂醇的濃度(mg/L),並計算樣品中(E)-阿魏酸和落葉松樹脂醇的百分含量。

Migallan Samon

Dendrobii Caul 石斛

到奇奴 Artemisiae Anomalae Herba

滿山紅 Rhododendri Daurici Folium

melinae Herba 京 馬跖草 **接骨木** Euphorbiae P

# 限度

按乾燥品計算,本品含(E) - 阿魏酸 $(C_{10}H_{10}O_4)$ 和落葉松樹脂醇 $(C_{20}H_{24}O_6)$ 的總量不少於 0.014%。

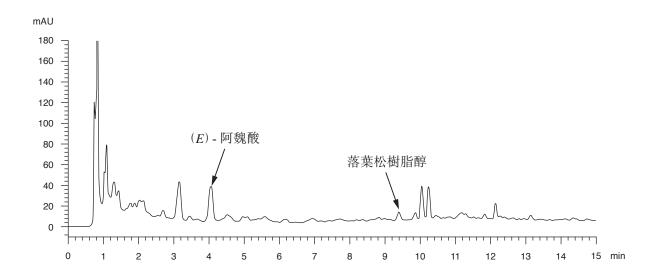


圖 7 接骨木提取液對照含量測定色譜圖